

RECEIVED
CENTRAL FAX CENTER
OCT 06 2004

PAT-NO: JP363014864A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63014864 A

TITLE: CO ALLOY SPUTTERING TARGET AND ITS PRODUCTION

PUBN-DATE: January 22, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

NAKAMURA, KYUZO

OTA, YOSHIFUMI

YAMADA, HIROKI

ISHIKAWA, MICHIO

TANI, NORIAKI

HIGUCHI, YASUSHI

INT-CL (IPC): C23C014/34

US-CL-CURRENT: 148/425

ABSTRACT:

PURPOSE: To make it possible to use a thicker Co alloy target than a conventional target by cooling a Co alloy material from a high temp. in the single FCC phase region to cause martensitic transformation and by producing a strain by cold working to lower the ratio between the intensities of X-ray diffraction peaks.

CONSTITUTION: A Co alloy material is cooled from a high temp. In the single FCC phase region and cold worked to produce a Co alloy target for sputtering. The ratio between the intensities of the X-ray diffraction FCC(200) and HCP(101) peaks of the Co alloy target represented by the formula is lower than that at the time when the alloy is cooled from a high temp. in the single FCC phase region to ordinary temp.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

BEST AVAILABLE COPY

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-14864

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)1月22日

C 23 C 14/34

8520-4K

審査請求 未請求 発明の数 2 (全4頁)

⑯ 発明の名称 C 〇 基合金スパッタターゲットおよびその製造法

⑰ 特 願 昭61-158755

⑱ 出 願 昭61(1986)7月8日

⑲ 発 明 者	中 村	久 三	千葉県印旛郡八街町八街ほ672-20
⑲ 発 明 者	太 田	賀 文	千葉県印旛郡八街町八街に-129
⑲ 発 明 者	山 田	太 起	千葉県成田市橋賀台1-1-5-502
⑲ 発 明 者	石 川	道 夫	千葉県印旛郡八街町八街に106-352
⑲ 発 明 者	谷	典 明	千葉県印旛郡八街町字梅ノ里朝日617-2 梅ノ里寮
⑲ 発 明 者	樋 口	靖	千葉県印旛郡八街町字梅ノ里朝日617-2 梅ノ里寮
⑲ 出 願 人	日本真空技術株式会社		
⑲ 代 理 人	弁理士 北村 欣一 外2名		

明 細 書

- 1 発明の名称
C 〇 基合金スパッタターゲットおよびその製造法
- 2 特許請求の範囲
 - 1 C 〇 基合金スパッタターゲットにおいて、そのX線回折のF00(200)ピークとHOP(101)ピークの強度比 $I_{F00(200)} / I_{HOP(101)}$ の値が、その合金を高温のF00単相領域より常温まで冷却した時点における値よりも小さい値を有することを特徴とするC 〇 基合金スパッタターゲット。
 - 2 C 〇 基合金材を高温のF00単相領域より冷却したものを焼間加工することを特徴とするC 〇 基合金スパッタターゲットの製造法。
- 3 発明の詳細な説明
(産業上の利用分野)
本発明は、マグネトロンスパッタに適用し得るC 〇 基合金ターゲットに関する。
(従来の技術)
従来のC 〇 基合金スパッタターゲットは、C 〇 基

合金材を高温にて溶解した後鍛造してF00単相の領域より冷却してマルテンサイト変態を生ぜしめその1部がHOP相となつたものであり、鍛造した後放冷するか、焼間加工後放冷するかにより製造されたものがマグネトロンスパッタに使用されている。

マグネトロンスパッタは、ターゲット表面に陽極溶解を生じさせてプラズマをターゲット表面に集中させるようにしているが、従来の上記によつて製造されたC 〇 基合金のような脆性体をターゲットとして使用する場合は、鍛造がターゲット内部を通じ易いので、表面に陽極溶解をつくるためには、焼間加工を考慮し、ターゲットの厚さを薄くしたものを使用する必要があつた。

(発明が解決しようとする問題点)

従来の上記C 〇 基合金スパッタターゲットは、肉厚であるため、使用寿命が短く、又エロージョンの進行に伴ないエロージョン内の境界が大きくなり、プラズマがエロージョン内に集中

特開明63-14864 (2)

して、ターゲットが局部的に消耗し、使用効率が悪いという欠点を有している。

従つて、 Co 基合金スパッタターゲットとして、従来のものに比し肉厚のものが使用できるようにすることが望ましい。

(問題点を解決するための手段)

本発明者等は、かかる観点に立ち、ターゲットの磁気特性と表面腐蝕磁界やエロージョン形状との関係について、種々検討した結果、表面の磁界は、従来考えられていたように、ターゲット材料の飽和磁化に依存するものではなく、透磁率に依存することを知見した。而して、飽和磁化の大きい Co 基合金でも透磁率を小さくすることにより、腐蝕磁界を強くすることができることが分つた。而して、この透磁率の大きさには、 Co 基合金の場合、F00相とH0P相の量比が最も影響を与えることを見出した。即ち、 Co 基合金のH0P相は非常に大きい結晶磁気異方性を有して居る1万F00相は結晶磁気異方性が小さい。従つてH0P相の量を多くすると透磁

率が減少し、ターゲット表面に腐蝕磁界がそれだけ発生し易くなることが分つた。更に、 Co 、 Ni 、 Cr 、 Pt 、 W 、 V 、 Ti 等の元素の添加量を多くすると、飽和磁化が減少するにも拘らず、透磁率が大きくなり、腐蝕磁界が弱くなることも分つた。

このF00相とH0P相の量比の見地より、この従来の製造法による Co 基合金スパッタターゲットのF00相を少なくしH0P相を多くして、F00相/H0P相の量比の値を小さくすることができれば、それだけ透磁率を減少し、従つてターゲット表面に腐蝕磁界の発生を増大せしめることができ、従つてこのことは、 Co 基合金ターゲットの厚さを従来のものに比し厚くしたものが使用でき使用寿命の増大、使用効率の向上ができる。又、従来と同じ厚さのものを使用した場合は、磁界発生装置の縮小、消費電力の節約をもたらすことができる。所で、F00相とH0P相の量比を容積比で求めることは困難である。従つて、この容積比と比例関係にあるX線回折

ピークの強度比を求めることが考えられる。この場合、F00相のX線ピークとH0P相の回折ピークは、多くが重なっているが、F00相の(200)ピークとH0P相の(101)ピークは重なっていないことを利用し、 $I_{\text{F00}(200)}/I_{\text{H0P}(101)}$ の強度比を測定することにより、両相の混合比を相対値として求めることができる。

本発明者等は、従来の製造法によつて、得られた Co 基合金、即ち、 Co 基合金材を溶解した後鋳型に流入しそのまゝ冷却したもの、或はその加熱したものの冷却過程で熱間加工して常温まで冷却したものに、即ち、冷却によりマルテンサイト変態をした Co 基合金に、冷間加工により歪を与えることにより、H0P相に変らずに残っているF00相の1部を更にH0P相に変態せしめて、 Co 基合金のF00相(200)/H0P相(101)の強度比が、その冷間加工を施す前のその値よりも小さい値を示す。従つて透磁率の値もそれに応じて低下した Co 基合金スパッタターゲットを提供し、従来の前記の不都合を解消し、従来

のものに比し、肉厚にしたものとして使用して、使用寿命の延長した面も使用効率の向上した Co 基合金スパッタターゲットをもたらすものである。即ち、本発明のF00相/H0P相の比を減少せしめたので、これに伴ないその透磁率も低下し、従つて表面腐蝕磁界を発生し易くなるので、スパッタターゲットを厚くでき、又エロージョン領域を大きくとることができ、それだけ、ターゲットの使用効率を増大し得る。

尚、冷間加工は、圧延、引抜き、スクエージング、鍛造、一般プレス加工など従来行なわれている任意の冷間加工手段をとることができるが、この場合、加工率として、断面積収縮率として約3%以上が特に好ましい。

(実施例)

次に本発明の実施例を説明する。

Co 基合金材は、 Co を基材とし、これに Ni 、 Cr 、 Pt 、 W などの添加金属の少くとも1種を所望の割合添加した各種配合組成から成る全ての Co 基合金材が使用できる。この配合組成の Co 基

特開昭63-14864 (3)

合金を溶融物としたものを、所定の鋳型に注入しそのまゝ常温まで冷却したり、或は常温まで冷却する前の熱いうちに熱間加工を行ない所定の厚さの板状とする。かくして、その冷却過程でF00相の1部はHOP相に変るいわゆるマルテンサイト変態する。このように製造したものの $\{F00(200)/F00(101)\}$ のX線回折ピーク強度比は、例えば、下記表1に示すように、 $0.0-20\text{at}\%Ni-10\text{at}\%Or$ から成るCo基合金(試料No.1)、 $0.0-16\text{at}\%Or$ から成るCo基合金(試料No.5)、 $0.0-20\text{at}\%Ni-10\text{at}\%P$ から成るCo基合金(試料No.7)、及び $0.0-25\text{at}\%Ni$ から成るCo基合金(試料No.9)は、夫々175, 190, 165及び203であつた。本発明によれば、これらの試料の夫々に、冷間加工を例えば冷間圧延を施した。この時その断面収縮率が5%以上となるように圧縮した。その結果、表1に示す本発明の夫々のCo基合金ターゲットの $\{F00(200)/F00(101)\}$ の強度比は、試料No.1の冷間加工品については、5%の断面

収縮率で、121と低下した(試料No.2)。その断面収縮率を10%, 15%と増大すると、これに伴ないその強度比も、0.39, 0.30と低下した(試料No.3, No.4)。試料No.5, No.7及びNo.9についてもその冷間加工品の前記の強度比は、190(No.5)が0.45(試料No.6)に、165(No.7)が0.35(試料No.8)に、203(No.9)が0.42(試料No.10)に夫々低下していた。該強度比と透過率の測定は、各試料は、製作したターゲットから小片を切り出し、王水で表面をエッチングして切り出しによつて生じた加工層をとり除いた後測定した。夫々の透過率についても表1に示すように、冷間加工により夫々著しく低下することが確認された。

次に、これらの各試料について、5インチ×8インチの大きさのD0マグネトロンカソードを用いて、その夫々のターゲット特性を調べた。表中、相対ターゲットの厚さとは、接衝面中心位置で6000の平行磁界が発生しているカソード上に、各種試料ターゲットを設置して、2500

の平行磁界が表面に発生するときのターゲットの厚さである。表1の各試料の相対的厚さの値から分かるように、冷間加工した場合の本発明の各Co基合金ターゲット試料は冷間加工しない試料に比し、その厚さを著しく増大できることが分る。又、各試料につき、5mm厚の夫々のターゲットを設置して、表面平行磁界が2500になるようにカソードを調節した後、使用レプラズマがエロージョン内に集中してターゲットが局部的に消費しその局部での最大エロージョン部の厚さが0となつたときのターゲット使用効率を測定した。その結果は、表1に示す通りで、本発明の冷間加工処理したターゲットは冷間加工しないターゲットに比しその使用効率が著しく向上することが分る。

試料No.	ターゲット組成	冷間加工による断面収縮率	冷間加工後の $\{F00(200)/F00(101)\}$ 強度比	透過率	相対ターゲット厚	ターゲット使用効率
1	試料品 Co-20at%Ni-10at%Or	0	1.75	15	2	9
2	処理品 "	5	1.21	10	4	14
3	"	10	0.39	8	5	24
4	"	15	0.30	8	6	25
5	試料品 Co-16at%Or	0	1.90	15	2	10
6	処理品 "	10	0.45	6	5	25
7	試料品 Co-20at%Ni-10at%P	0	1.65	17	2	9
8	処理品 "	15	0.35	6	6	23
9	試料品 Co-25at%Ni	0	2.03	20	1	7
10	処理品 "	15	0.42	7	5	24

特開昭63-14864 (4)

第1図及び第2図は、 $0\alpha-20\alpha:1\beta\text{Ni}-10\alpha:1\beta\text{O}$ のターゲットを代表例として、X線回折ピーク強度比 $I_{\text{FCC}}(200)/I_{\text{HCP}}(101)$ と前記相対ターゲット厚さとの関係及び前記ターゲット使用効率との関係を夫々示したもので該強度比が小さくなるに従いターゲット厚さ及びターゲット使用効率は夫々増大することが分る。

第3図は、全様に、 $0\alpha-20\alpha:1\beta\text{Ni}-10\alpha:1\beta\text{O}$ のターゲットを代表例として、X線回折ピーク強度比 $I_{\text{FCC}}(200)/I_{\text{HCP}}(101)$ とターゲットの断面積収縮率を示したもので、該収縮率が大きくなるに従い該強度比が小さくなることが分る。尚、実施例ではDロマグネトロンスパッタの場合を述べたが、他のスパッタ法、例えば、EPMマグネトロン、同軸マグネトロン、3極マグネトロン等の磁界を用いてプラズマを制御する型のすべてのスパッタ法に適用できる。

(発明の効果)

本発明によれば、Co基合金材を高温のFCC相と相より冷却しその1相をHCP相を生ぜしめ

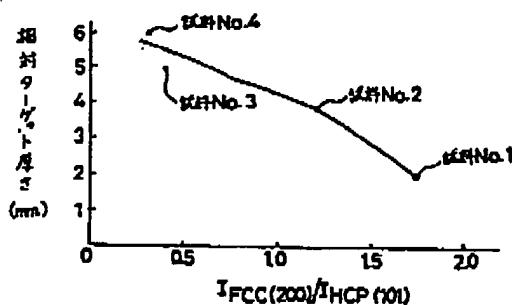
ていわゆるマルテンサイト変態を生ぜしめたものに冷間歪を生ぜしめてX線回折ピーク強度比 $I_{\text{FCC}}(200)/I_{\text{HCP}}(101)$ の値を低下せしめたものをスパッタターゲットとしたので、冷間加工を施さないものに比し、その厚さを厚くしても表面腐蝕磁界を容易に発生せしめることができると共にその肉厚としたものに伴ないターゲットの使用効率を向上でき、又その厚さを同じものとした場合は、磁界発生装置又は消費電力を必要に応じ小さくできる等の効果を有する。

4. 図面の簡単な説明

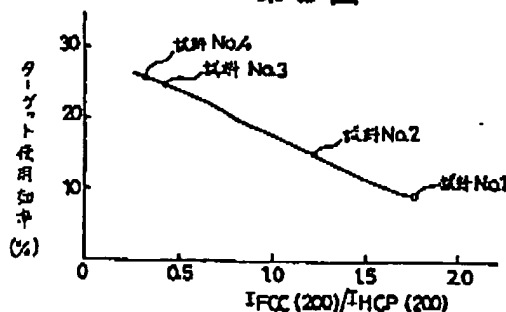
第1図は、Co基合金スパッタターゲットのX線回折ピーク強度比 $I_{\text{FCC}}(200)/I_{\text{HCP}}(101)$ とターゲットの厚さとの関係を示すグラフ、第2図は全強度比とターゲット使用効率との関係を示すグラフ、第3図は全強度比と断面積収縮率との関係を示すグラフである。

特許出願人 日本真空技術株式会社
代理人 北村 欣 (印) 他2名

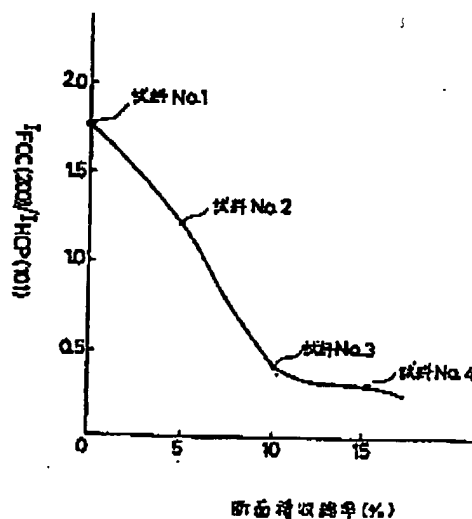
第1図



第2図



第3図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.